



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09054098 A**(43) Date of publication of application: **25.02.97**

(51) Int. Cl.

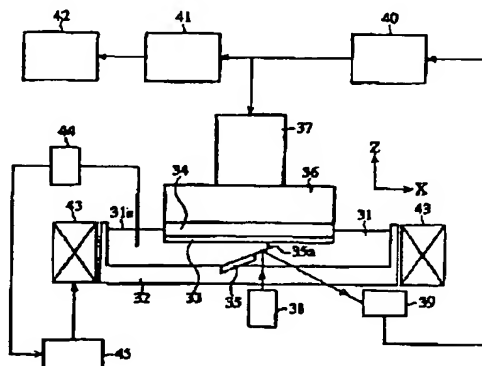
G01N 37/00
G02B 21/00(21) Application number: **07228541**(22) Date of filing: **14.08.95**(71) Applicant: **NIKON CORP**(72) Inventor:
OKIGUCHI KEIKO
ISHIKAWA MIYUKI
SUGIMURA HIROYUKI
NAKAGIRI NOBUYUKI(54) **SCANNING PROBE MICROSCOPE**

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To enable a sample to be observed in liquid using a submerged cell that is open on its upper side and to prevent the accuracy of detecting deflection of a cantilever equipped with a probe from decreasing even if a deflection detecting optical system is used in detecting it.

SOLUTION: A submerged cell 32 is made from a transparent material. A sample holder 34 is placed so that a sample 33 is immersed in a liquid 31 while the surface to be observed of the sample 33 faces down. A cantilever 35 has a probe 35a and is placed so that the probe 35a faces upward to be opposed to the surface to be observed of the sample 33. A light source 38 and a photodetector 39 are placed on the side of the submerged cell 32 to constitute a deflection detecting optical system for detecting deflection of the cantilever 35. Illuminating light applied to the cantilever 35 from the light source 38 and the light reflected from the cantilever 35 are not allowed to pass through the surface 31a of the liquid.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-54098

(43) 公開日 平成9年(1997)2月25日

(51) Int.Cl.*

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 0 1 N 37/00

G 0 1 N 37/00

A

G 0 2 B 21/00

G 0 2 B 21/00

審査請求 未請求 請求項の数7 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平7-228541

(22) 出願日 平成7年(1995)8月14日

(71) 出願人 000004112

株式会社ニコン

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号

(72) 発明者 沖口 圭子

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号 株式会社ニコン本社内

(72) 発明者 石川 幸

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号 株式会社ニコン本社内

(72) 発明者 杉村 博之

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号 株式会社ニコン本社内

(74) 代理人 弁理士 四宮 通

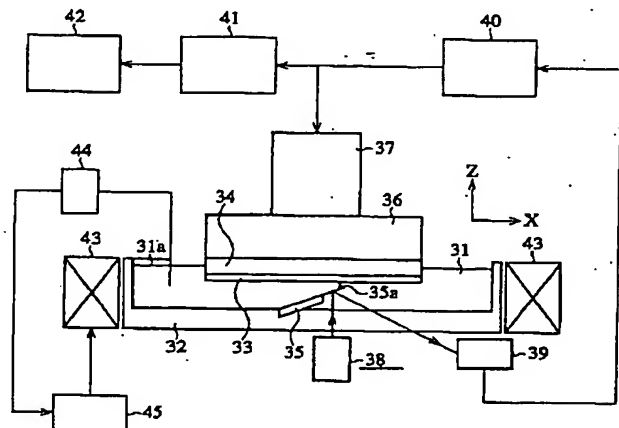
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 走査型プローブ顕微鏡

(57) 【要約】

【課題】 上部が開放した液中セルを用いて試料の液中観察を可能とし、しかも、探針を有するカンチレバーの撓みを撓み検出光学系によって検出する場合であっても、カンチレバーの撓み検出の精度の低下を防止する。

【解決手段】 液中セル32は透明材料からなる。試料ホルダ34は、試料33の観察表面が下向きとなって試料33が液体31中に浸されるように配置される。カンチレバー35は、探針35aを有し、探針35aが上向きとなって試料33の観察すべき表面と対向するように配置される。光源38及び光検出器39は、液中セル32の側方に配置され、カンチレバー35の撓みを検出する撓み検出光学系を構成する。光源38からカンチレバー35に照射される照射光及びカンチレバー35からの反射光が液面31aを通過しない。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 上部が開放され液体を収容する液中セルと、

試料を保持するとともに、前記試料の観察すべき表面が下向き又は横向きとなって前記試料が前記液体中に浸されるように配置された試料ホルダと、

前記試料の観察すべき表面に対向するように配置された探針と、

を備えたことを特徴とする走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 2】 上部が開放され液体を収容する液中セルと、

試料を保持するとともに前記試料が前記液体中に浸されるように配置された試料ホルダと、

前記試料の観察すべき表面に対向するように配置された探針と、

前記探針を前記試料ホルダに対して相対的に移動させる圧電アクチュエータと、

前記液中セルに収容される液体を加熱する加熱手段と、前記圧電アクチュエータへの熱伝導を実質的に阻止する断熱部材と、

を備えたことを特徴とする走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 3】 前記液中セルに収容される液体の温度を検出する温度検出手段と、

前記温度検出手段からの検出信号に基づいて、前記液中セルに収容された液体の温度が所望の温度となるよう

に、前記加熱手段を制御する制御手段と、

を更に備えたことを特徴とする請求項 2 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 4】 上部が開放され液体を収容する液中セルと、

試料を保持するとともに前記試料が前記液体中に浸されるように配置された試料ホルダと、

探針を有し、該探針が前記試料の観察すべき表面と対向するように配置されたカンチレバーと、

前記カンチレバーを前記試料ホルダに対して相対的に移動させる圧電アクチュエータと、

前記液中セルの外部に配置され、前記カンチレバーの撓みを検出する撓み検出光学系と、

を備え、

前記撓み検出光学系から前記カンチレバーに照射される照射光及び該照射光による前記カンチレバーからの反射光が前記液体の液面を通過しないように、前記カンチレバーが配置され、

前記液中セルにおける前記照射光及び前記反射光の通過箇所が少なくとも透光性を有する、

ことを特徴とする走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 5】 前記試料ホルダが、前記試料の観察すべき表面が下向き又は横向きとなるように配置されたことを特徴とする請求項 4 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 6】 前記液中セルに収容される液体を加熱す

る加熱手段と、

前記圧電アクチュエータへの熱伝導を実質的に阻止する断熱部材と、

を更に備えたことを特徴とする請求項 4 又は 5 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【請求項 7】 前記液中セルに収容される液体の温度を検出する温度検出手段と、

前記温度検出手段からの検出信号に基づいて、前記液中セルに収容された液体の温度が所望の温度となるよう

に、前記加熱手段を制御する制御手段と、

を更に備えたことを特徴とする請求項 6 記載の走査型プローブ顕微鏡。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、探針を試料表面上で走査させつつ試料の所定の情報を測定する走査型プローブ顕微鏡に関するものである。

【0002】

【従来の技術】走査型プローブ顕微鏡は高い分解能で試料表面を観察できる装置であり、例えば、走査型トンネル顕微鏡 (STM)、原子間力顕微鏡 (AFM) などが挙げられる。

【0003】STMでは、先端を先鋭化した探針と試料の間にバイアス電圧を加えて数十オングストローム以内に接近させ、探針と試料との間に流れるトンネル電流を検出する。そして、例えばトンネル電流が一定になるようにフィードバックをかけながら探針を試料表面上で走査させると、探針は試料表面の形状に沿って移動するので、試料の表面形状を測定することができる。

【0004】AFMでは、一般的に、先端に探針の付いたカンチレバーを試料表面に近づけ、探針と試料との間に働く原子間力によるカンチレバーの撓みを検出する。この撓み量は探針と試料表面との間に働く原子間力に比例するので、例えばこの撓み量を検出してこの撓み量が一定になるようにフィードバックをかけながら探針を試料表面上で相対的に走査させると、試料表面の形状を測定できる。カンチレバーの撓み量の測定には、一般的に、光てこ法、光干渉法等による撓み検出光学系が用いられている。前記走査のための試料の駆動 (移動) には、チューブスキャナなどの、PZT等による圧電アクチュエータが用いられている。

【0005】STMやAFMなどは、通常大気中で動作させているが、液中でも真空中でも動作可能である。液中で動作させる場合には、液中セルを用いる。液中セルは、液体を収容し、液体中に試料を浸すための容器である。

【0006】図 4 に、AFM で用いられる従来の代表的な液中セルの構造を示す。図 4 (a) は従来の液中セルの一例を示す概略断面図、図 4 (b) は従来の液中セルの他の例を示す概略断面図、図 4 (c) は従来の液中セ

ルの更に他の例を示す概略断面図である。

【0007】図4(a)に示す液中セル1は、透明材料を用いて作られた円板状の上側部材2と、試料3の観察すべき表面が上向きとなるように試料3を保持する試料ホルダを兼ねる円板状の下側部材4と、Oリング5とから構成されている。上側部材2は、探針6aを有するカンチレバー6を保持するカンチレバーホルダを兼ねており、カンチレバー6が、探針6aが下向きとなるように上側部材2の下面に取り付けられる。また、上側部材2には、密閉空間を外部に連通する細い通路2a、2bが形成されている。これらの通路2a、2bは、特別に圧力をかけない限り密閉空間内に収容される液体(溶液等)7がその表面張力により外部に漏れない程度に細くなっている。上側部材2と下側部材4との間の空間がOリング5により密閉され、該空間内に通路2a又は2bから液体7が入れられ、該空間は液体7で満たされる。必要に応じて、一方の通路2aから液体7が供給されつつ、他方の通路2bから液体7が排出される。図面には示していないが、上側部材2は固定部に固定されている。下側部材4の下面にはチューブスキャナ等の圧電アクチュエータ8が取り付けられており、これにより、試料6を下側部材4ごとX、Y、Z方向(X方向は水平面内の方向、Y方向は水平面内の方向であってX方向と直交する方向、Z方向は鉛直方向であり、以下同じである)に移動(走査)させることができるようになる。なお、光てこ法によりカンチレバー6の撓みを検出するべく、上側部材2の上方には、カンチレバー6の梁部の上面(探針6aと反対側の面)に照射光を照射するレーザー光源等の光源9、及び、前記照射光によるカンチレバー6からの反射光を受光する2分割フォトダイオード等の光検出器10が配置されている。光源9及び光検出器10がカンチレバー6の撓みを検出する撓み検出光学系を構成している。光源9及び光検出器10に代えて、光干渉法等による撓み検出光学系が用いられる場合もある。

【0008】図4(b)に示す液中セル11は、透明材料を用いて作られた上側部材12と、下側部材14とから構成されている。上側部材12は、円板状部と、該円板状部の下面に突設された円筒部とから構成されている。上側部材12の円板状部は、探針6aを有するカンチレバー6を保持するカンチレバーホルダを兼ねており、カンチレバー6が、探針6aが下向きとなるように上側部材12の円板状部の下面に取り付けられる。下側部材14は、試料3の観察すべき表面が上向きとなるように試料3を保持する試料ホルダを兼ねる円板状部と、該円板状部の上面に突設された径の異なる2つの円筒部とから構成されている。また、上側部材12には、密閉空間を外部に連通する細い通路12a、12bが形成されている。これらの通路12a、12bは、図4(a)中の通路2a、2bと同様に細くなっている。上側部材

12の円筒部と下側部材14の大径の円筒部との間に充填されたグリース15によって、上側部材12と下側部材14との間の空間が密閉され、該空間内に通路12a又は12bから液体7が入れられ、該空間は液体7で満たされる。図面には示していないが、上側部材12は固定部に固定されている。下側部材14の下面には圧電アクチュエータ8が取り付けられており、これにより、試料6を下側部材14ごとX、Y、Z方向に移動させることができるようになっている。なお、図4(b)に示す場合も、光てこ法によりカンチレバー6の撓みを検出するべく、上側部材12の上方には、レーザー光源等の光源9及び光検出器10が配置されている。

【0009】図4(c)に示す液中セル21は、カップ状に構成されており、上部が開放されて液体7を収容できるようにになっている。液中セル21の底部は、試料3の観察すべき表面が上向きとなるように試料3を保持する試料ホルダを兼ねている。カンチレバー6は、図示しない固定部に固定された支持部材22に探針6aが下向きとなるように取り付けられ、液中セル21に収容された液体7に浸されるように配置されている。液中セル21の底部の下面には圧電アクチュエータ8が取り付けられており、これにより、試料6を液中セル21ごとX、Y、Z方向に移動させることができるようになっている。なお、図4(c)に示す場合も、光てこ法によりカンチレバー6の撓みを検出するべく、光源9及び光検出器10がカンチレバー6の上に配置されている。図4(c)中、7aは液面を示す。

【0010】なお、従来、STM等の他の走査型プローブ顕微鏡において用いられる液中セルも、前記液中セル1、11、21と同様に構成されている。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前記従来の液中セル1、11を用いると、液中セル1、11が前述した構造を有しているため、試料3と探針6aとの間が機構的に狭くなってしまい、Z方向のストロークを十分にとることができない。このため、試料3と探針6aとを接近させる際に誤って試料3に探針6aをおつけてしまうことがある。特に、試料3の厚みが厚い場合には、試料3に探針6aをおつけ易く、取扱いに注意を要する等不便である。また、液中セル1、11では、上部も上側部材2、12により密閉されているので、液中セル1、11の上方の空間を有効に使うことができない。

【0012】一方、前記従来の液中セル21を用いると、液中セル21では上部が開放されているのでこのような問題は生じないが、カンチレバー6の撓み検出の精度が低下してしまう。すなわち、液中セル21の場合には、上部が開放されていることから、液中セル1、11と異なり、探針6を試料3に対して相対的に走査させると、液面7aは必然的に揺れることになる。そして、液中セル21では、図4(c)に示すように、前記撓み検

出光学系からカンチレバー 6 に照射される照射光及び該照射光によるカンチレバー 6 からの反射光は液面 7 a を通過する。したがって、カンチレバー 6 からの反射光に揺らぎが生じ、ノイズが増加し、ひいてはカンチレバー 6 の撓み検出の精度が低下するのである。カンチレバー 6 の撓み検出の精度の低下は試料を観察する上で大きな障害となるので、液中セル 2 1 はほとんど採用されず、密閉タイプの液中セル 1, 1 1 が用いられているのが実状であり、液中セルとしては密閉タイプのものを使用すべきであるというのが技術常識となっている。

【0013】また、液中セル 1, 1 1, 2 1 を用いる場合、試料 3 の観察すべき表面が上向きとなるように試料 3 が保持され、この表面と探針 6 a が対向するようにカンチレバー 6 が配置される（すなわち、探針 6 a が下向きとなるようにカンチレバー 6 が配置される）ことから、撓み検出光学系を液中セル 1, 1 1, 2 1 の上方に配置せざるを得ないので、この点からも液中セル 1, 1 1, 2 1 の上方の空間を有効に使うことができない。

【0014】なお、液中セル 1, 1 1, 2 1 を用いる場合、液中セル 1, 1 1 の下側部材 4, 1 4 の下面及び液中セル 2 1 の底部の下面に圧電アクチュエータ 8 が取り付けられているので、液中セル 1, 1 1, 2 1 を倒立顕微鏡等に設置することはできず、試料 3 の表面の光顕観察を行うことができない。

【0015】ところで、従来の走査型プローブ顕微鏡では、液中セル 1, 1 1, 2 1 内の液体 7 を加熱する手段を何ら有していない。生体試料を生きた環境で観察するには、前記液体 7 を $30^{\circ}\text{C} \sim 40^{\circ}\text{C}$ 程度に加熱する必要があり、また結晶成長や融解の様子を観察するにも融点付近の温度に加熱する必要があるため、液体 7 を加熱する必要がでてくる。したがって、従来の走査型プローブ顕微鏡では、これらの観察をすることができない。

【0016】そして、液中セル 1, 1 1 を用いる場合には、たとえ液体 7 を加熱する手段を付加したとしても、液体 7 を加熱すると支障を来し、結局、液体 7 を加熱することはできない。すなわち、液中セル 1, 1 1 では、液体 7 を密閉するのに O リング 5 又はグリース 1 5 を用いて行っているので、液体 7 の温度を上げると、これらが液中に軟化したり溶けたりするといった症状がでるため、O リング 5 やグリース 1 5 は使えなくなり、結局、液体 7 を加熱することはできない。

【0017】液中セル 2 1 を用いて液体 7 を加熱する手段を付加すれば、O リング 5 やグリース液中に軟化したり溶けるといった問題は生じない。しかし、液中セル 2 1 を用いた場合には、前述したようにカンチレバー 6 の撓み検出の精度の低下という致命的な問題が生ずるのみならず、本件発明者の研究により、液体 7 を加熱すると支障を来し、結局、液体 7 を加熱することはできないことが判明した。すなわち、液中セル 2 1 を用いる場合には、液体 7 を加熱すると、圧電アクチュエータ 8 が破

損して測定不能となり、圧電アクチュエータ 8 が破損しない場合であっても探針 6 a と試料 3 との相対位置が意図した位置から勝手にずれてしまい所望の測定を行うことができないということが判明した。

【0018】なお、以上説明した事情は、STM 等の他の走査型プローブ顕微鏡においても同様である。

【0019】本発明は前記事情に鑑みてなされたもので、本発明の 1 つの目的は、試料と探針との間の間隔を比較的大きくとることができるとともに、液中セルの上方の空間を有効に使うことができ、しかも、カンチレバーの撓みを撓み検出光学系によって検出する場合であってもカンチレバーの撓み検出の精度の低下を防止することができる走査型プローブ顕微鏡を提供することである。

【0020】本発明の他の目的は、カンチレバーの撓みを撓み検出光学系によって検出する場合であっても、撓み検出光学系を液中セル上方には配置しなくてすみ、これにより液中セルの上方の空間を有効に使うことができる走査型プローブ顕微鏡を提供することである。

【0021】本発明の更に他の目的は、液中への O リングやグリースの軟化や溶出、及び、圧電アクチュエータの破損や探針と試料との相対位置の意図しないずれが生ずることなく、液中セル中の液体を加熱することができる走査型プローブ顕微鏡を提供することである。

【0022】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するため、本発明の第 1 の態様による走査型プローブ顕微鏡は、上部が開放され液体を収容する液中セルと、試料を保持するとともに、前記試料の観察すべき表面が下向き又は横向きとなって前記試料が前記液体中に浸されるように配置された試料ホルダと、前記試料の観察すべき表面に対向するように配置された探針と、を備えたものである。なお、下向き及び横向きには、斜め下向きや斜め横向きも含む。

【0023】この走査型プローブ顕微鏡によれば、上部が開放され液体を収容する液中セルが用いられているので、密閉タイプの液中セルを用いる場合と異なり、試料と探針との間の間隔を比較的大きくとることができ、試料と探針とを接近させる場合に探針を試料にぶつけ難くなり、また、液中セルの上方の空間を有効に使うことができる。また、例えば、探針をカンチレバーに設けておきカンチレバーの撓みを撓み検出光学系により検出する場合であっても、試料の観察すべき表面が下向き又は横向きとされ、探針が当該表面に対向するように配置されているので、撓み検出光学系が液中セルの下方又は側方に配置することができる。このため、撓み検出光学系からカンチレバーに照射される照射光及び該照射光によるカンチレバーからの反射光は液中セルに収容した液体の液面を通過しないので、液面が揺れてもカンチレバーからの反射光には揺らぎが発生せず、ノイズが増加しな

い。したがって、カンチレバーの撓み検出の精度の低下を防止することができる。また、撓み検出光学系を下方又は側方に配置することができるので、撓み検出光学系を液中セルの上方に配置していた前記従来の走査型プローブ顕微鏡に比べて、液中セルの上方の空間を一層有効に使うことができる。

【0024】本発明の第2の態様による走査型プローブ顕微鏡は、上部が開放され液体を収容する液中セルと、試料を保持するとともに前記試料が前記液体中に浸されるように配置された試料ホルダと、前記試料の観察すべき表面に対向するように配置された探針と、前記探針を前記試料ホルダに対して相対的に移動させる圧電アクチュエータと、前記液中セルに収容される液体を加熱する加熱手段と、前記圧電アクチュエータへの熱伝導を実質的に阻止する断熱部材と、を備えたものである。

【0025】この走査型プローブ顕微鏡によれば、上部が開放され液体を収容する液中セルが用いられているので、密閉タイプの液中セルを用いる場合と異なり、試料と探針との間の間隔を比較的大きくとすることができ、試料と探針とを接近させる場合に探針を試料にぶつけ難くなり、また、液中セルの上方の空間を有効に使うことができる。また、加熱手段により液中セルに収容した液体を加熱することができるので、生体試料を生きた環境で観察したり結晶成長や融解の様子などを観察したりすることができる。そして、上部が開放され液体を収容する液中セルが用いられているので、液体を加熱しても、Oリングやグリースが液中に軟化したり溶けたりするといったことがない。

【0026】ところで、前記従来の液中セル21を用いて液体を加熱すると、圧電アクチュエータ8が破損して測定不能となり、圧電アクチュエータが破損しない場合であっても探針6aと試料3との相対位置が意図した位置から勝手にずれてしまう原因は、本件発明者の研究により、加熱による熱が圧電アクチュエータに伝導されて圧電アクチュエータが加熱されてしまうためであることが判明した。特に、探針6aと試料3との相対位置が意図した位置から勝手にずれてしまう現象は、圧電アクチュエータに伝導される熱のドリフトが原因であることが判明した。前記第2の態様による走査型プローブ顕微鏡はこの点に着目したものであり、前記第2の態様による走査型プローブ顕微鏡では、断熱部材により圧電アクチュエータへの熱伝導が実質的に阻止されるので、圧電アクチュエータの破損や探針と試料との相対位置の意図しないずれが生ずることがなくなる。

【0027】本発明の第3の態様による走査型プローブ顕微鏡は、前記第2の態様による走査型プローブ顕微鏡において、前記液中セルに収容される液体の温度を検出する温度検出手段と、前記温度検出手段からの検出信号に基づいて、前記液中セルに収容された液体の温度が所望の温度となるように、前記加熱手段を制御する制御手

段と、を更に備えたものである。

【0028】この走査型プローブ顕微鏡によれば、前記第2の態様による走査型プローブ顕微鏡と同様の利点が得られる他、温度検出手段及び制御手段によって温度を厳密に制御することができるので、温度による試料の状態を観察する上で一層好ましい。

【0029】本発明の4の態様による走査型プローブ顕微鏡は、上部が開放され液体を収容する液中セルと、試料を保持するとともに前記試料が前記液体中に浸されるように配置された試料ホルダと、探針を有し、該探針が前記試料の観察すべき表面と対向するように配置されたカンチレバーと、前記カンチレバーを前記試料ホルダに対して相対的に移動させる圧電アクチュエータと、前記液中セルの外部に配置され、前記カンチレバーの撓みを検出する撓み検出光学系と、を備えたものである。そして、前記撓み検出光学系から前記カンチレバーに照射される照射光及び該照射光による前記カンチレバーからの反射光が前記液体の液面を通過しないように、前記カンチレバーが配置される。また、前記液中セルにおける前記照射光及び前記反射光の通過箇所が少なくとも透光性を有する。

【0030】この走査型プローブ顕微鏡によれば、上部が開放され液体を収容する液中セルが用いられているので、密閉タイプの液中セルを用いる場合と異なり、試料と探針との間の間隔を比較的大きくとすることができ、試料と探針とを接近させる場合に探針を試料にぶつけ難くなり、また、液中セルの上方の空間を有効に使うことができる。また、撓み検出光学系から前記カンチレバーに照射される照射光及び該照射光による前記カンチレバーからの反射光が前記液体の液面を通過しないように、前記カンチレバーが配置されているので、液面が揺れてもカンチレバーからの反射光には揺らぎが発生せず、ノイズが増加しない。したがって、カンチレバーの撓み検出の精度の低下を防止することができる。また、このようにカンチレバーを配置することにより撓み検出光学系を液中セルの下方又は側方に配置することができるので、撓み検出光学系を液中セルの上方に配置していた前記従来の走査型プローブ顕微鏡に比べて、液中セルの上方の空間を一層有効に使うことができる。

【0031】本発明の第5の態様による走査型プローブ顕微鏡は、前記第4の態様による走査型プローブ顕微鏡において、前記試料ホルダが、前記試料の観察すべき表面が下向き又は横向きとなるように配置されたものである。

【0032】この走査型プローブ顕微鏡によっても、前記第4の態様による走査型プローブ顕微鏡と同様の利点が得られる。撓み検出光学系からカンチレバーに照射される照射光及び該照射光によるカンチレバーからの反射光が液面を通過しないようにカンチレバーを配置するには、具体的には、例えば、このように試料の観察すべき

表面を下向き又は横向きとなるように配置すればよいものである。

【0033】本発明の第6の態様による走査型プローブ顕微鏡は前記第4又は第5の態様による走査型プローブ顕微鏡において、前記液中セルに収容される液体を加熱する加熱手段と、前記圧電アクチュエータへの熱伝導を実質的に阻止する断熱部材と、を更に備えたものである。

【0034】この走査型プローブ顕微鏡によれば、前記第4の態様による走査型プローブ顕微鏡と同様の利点が得られる他、前記第2の態様による走査型プローブ顕微鏡と同様の利点が得られる。

【0035】本発明の第7の態様による走査型プローブ顕微鏡は、前記第6の態様による走査型プローブ顕微鏡において、前記液中セルに収容される液体の温度を検出する温度検出手段と、前記温度検出手段からの検出信号に基づいて、前記液中セルに収容された液体の温度が所望の温度となるように、前記加熱手段を制御する制御手段と、を更に備えたものである。

【0036】この走査型プローブ顕微鏡によれば、前記第6の態様による走査型プローブ顕微鏡と同様の利点が得られる他、前記第3の態様による走査型プローブ顕微鏡と同様の利点が得られる。

【0037】

【発明の実施の形態】まず、本発明の一実施の形態による走査型プローブ顕微鏡について、図1を参照して説明する。本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡は、原子間力顕微鏡として構成されている。

【0038】図1は、本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡を模式的に示す概略構成図である。

【0039】本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡は、図1に示すように、液体31を収容する液中セル32と、試料33を保持する試料ホルダ34と、探針35aを有するカンチレバー35と、断熱部材36と、PZTアクチュエータ等の圧電アクチュエータ37と、光源38と、光検出器39と、圧電アクチュエータ37を制御する制御部40と、処理部41と、CRT等の表示部42と、液中セル32中の液体を加熱する加熱手段としてのヒーター43と、液体31の温度を検出する温度検出部44と、ヒーター43を制御するヒーター制御部45と、を備えている。

【0040】液中セル32は、上部が開放されており、本実施の形態ではカップ状に構成されている。液中セル32は、図示しない固定部に固定されている。また、本実施の形態では、液中セル32は、パイレックスガラス（商品名）等の耐熱性を有する透明部材により構成されている。

【0041】試料ホルダ34は、試料33が液体31中に浸されるように配置されている。本実施の形態では、試料ホルダ34は、試料33の観察すべき表面が下向き

となるように配置されている。この表面は、XY平面と一致している。試料ホルダ34には、断熱部材36を介して圧電アクチュエータ37に取り付けられている。ヒーター43で発した熱が圧電アクチュエータ37に伝導されるのを実質的に阻止する。圧電アクチュエータ37としてはチューブスキヤナ等が用いられ、圧電アクチュエータ37は、制御部40からの制御信号により、試料ホルダ33及び試料34をX、Y、Z方向に移動させるようになっている。

【0042】カンチレバー35は、探針35aが試料33の観察すべき表面と対向するように配置されている。本実施の形態では、探針35aが試料33の観察すべき表面が下向きとされていることから探針35aが上向きとなるようにカンチレバー35が配置され、カンチレバー35は液中セル35の底面に着脱自在に固定されている。

【0043】光源38として例えばレーザー光源を用いることができ、光源38は、カンチレバー35の梁部における探針35aと反対側の面に照射光を照射する。光検出器39として例えば2分割フォトダイオードを用いることができ、光検出器39は前記照射光によるカンチレバー35からの反射光を受光する。光源38及び光検出器39は、光てこ法によりカンチレバー36の撓みを検出する撓み検出光学系を構成しており、液中セル32の外部においてその下方に配置されている。光源38及び光検出器39に代えて、光干渉法等による撓み検出光学系を用いてもよい。

【0044】なお、本実施の形態では、前述したように、試料ホルダ34が試料33の観察すべき表面が下向きとなるように配置されるとともに、カンチレバー35が探針35aが試料33の観察すべき表面と対向するように配置されているので、結局、カンチレバー35は、前記撓み検出光学系からカンチレバー35に照射される照射光及び該照射光によるカンチレバー35からの反射光が液体31の液面31aを通過しないように配置されていることになる。なお、前記照射光及び反射光は、液中セル35を透過する。なお、試料ホルダ34を試料33の観察すべき表面が下向きとなるように配置せずに、カンチレバー35を、前記撓み検出光学系からカンチレバー35に照射される照射光及び該照射光によるカンチレバー35からの反射光が液面31aを通過しないように配置することもできる。

【0045】また、本実施の形態では、制御部40は、探針35aと試料33の表面との間に原子間力が作用する程度に試料33が探針35aに接近した状態において、光検出器39からの出力信号に基づいてカンチレバー35の撓みが一定となるように試料33がZ方向に移動するように圧電アクチュエータ37を制御しつつ、X及びY方向に探針35aが試料33の表面を相対的に走査するように圧電アクチュエータ37を制御する。この

場合、制御部 40 から圧電アクチュエータ 37 に与えられる各制御信号は、探針 35a の試料表面に対する X、Y、Z 方向の相対位置を示すことになる。処理部 41 は、制御部 40 からの各制御信号を取り込み、探針 35a の X 方向及び Y 方向の試料表面に対する相対位置に応じた探針 35a の Z 方向の試料表面に対する相対位置に関する情報（すなわち、試料の形状情報）を得る。そして、これらの情報は表示部 42 に画像として表示される。

【0046】なお、制御部 40 は、探針 35a と試料 33 の表面との間に原子間力が作用する程度に試料 33 が探針 35a に接近した状態において、試料 33 がその Z 方向の位置を一定に保ったまま、X 方向及び Y 方向に探針 35a が試料 33 の表面を相対的に走査するように圧電アクチュエータ 37 を制御してもよい。この場合、光検出器 40 からの出力信号が試料 33 の表面の形状を示すことになるので、処理部 41 は、制御部 40 から X、Y 方向に関する制御信号を取り込むとともに光検出器 40 からの出力信号を取り込むことによって、試料の形状データを作成することができる。

【0047】前記ヒーター 31 は、液中セル 32 の周囲に配置され、液中セル 32 を介して液中セル 32 内に收容された液体 31 を加熱できるようになっている。

【0048】本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡によれば、探針 35a と試料 33 の表面との間に原子間力が働き、この力に応じてカンチレバー 35 が撓む。カンチレバー 35 の撓み量に応じた信号が光検出器 39 から出力される。そして、試料 33 が液体 31 中に浸された状態において、制御部 41 及び圧電アクチュエータ 37 によって、光検出器 39 からの信号に基づいてカンチレバー 35 の撓み量が一定になるようにカンチレバー 35 が Z 方向に移動させられつつ、X 方向及び Y 方向に探針 35a が試料表面を相対的に走査するように試料 33 が移動させられる。したがって、試料表面の凹凸に追従して探針 35a と試料 33 との間の距離が一定に保たれつつ、試料表面と略平行な面の方向に探針 35a が試料表面を走査することになる。そして、前述したように、処理部 41 により試料 33 の形状情報が作成され、これが画像として表示部 42 に表示される。このように、試料 33 を液体 31 中に浸した状態において、試料 33 の表面形状が測定される。

【0049】そして、本実施の形態では、この測定中、必要に応じて、ヒーター 43 によって液体 31 が加熱される。したがって、例えば、生体試料を生きた環境で観察する場合には、液体 31 を 30℃～40℃程度の温度に加熱することができ、また、結晶成長や融解の様子を観察する場合に融点付近に加熱することができる。さらに、本実施の形態では、温度検出部 44 及びヒーター制御部 45 によって、液体 31 の温度が厳密に所望の温度に制御されるので、温度による試料 33 の状態を観

察する上で好ましい。もっとも、厳密に所望の温度に制御する必要がない場合には、温度検出部 44 及びヒーター制御部 45 を取り除いてもよい。

【0050】そして、本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡によれば、上部が開放され液体 31 を收容する液中セル 32 が用いられているので、密閉タイプの液中セルを用いる場合と異なり、液中セル 32 の深さを適当に定めておくことによって、試料 33 と探針との間の間隔を比較的大きくとり Z 方向のストロークを大きくとることができ、試料 33 と探針 35a とを接近させる場合に探針 35a を試料 33 にぶつけ難くなり、また、液中セル 32 の上方の空間を有効に使うことができる。

【0051】また、光源 38 からカンチレバー 35 に照射される照射光及び該照射光によるカンチレバー 35 からの反射光が液面 31a を通過しないので、液面 31a が揺れてもカンチレバー 35 からの反射光には揺らぎが発生せず、ノイズが増加しない。したがって、カンチレバー 35 の撓み検出の精度の低下を防止することができる。

【0052】また、光源 38 及び光検出器 39 が液中セル 32 の上方ではなく下方に配置されているので、この点からも、液中セル 32 の上方の空間を一層有効に使うことができる。

【0053】さらに、本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡によれば、上部が開放され液体 31 を收容する液中セル 32 が用いられているので、液体 31 を加熱しても、Oリングやグリースが液中に軟化したり溶けたりするといったことがない。

【0054】さらにまた、本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡によれば、断熱部材 36 により圧電アクチュエータ 37 への熱伝導が実質的に阻止されるので、圧電アクチュエータ 37 の破損や探針 35a と試料 33 との相対位置の意図しないずれが生ずることがなくなり、鮮明な画像を得ることができる。

【0055】また、本実施の形態では、圧電アクチュエータ 37 が液中セル 32 の上方に配置されているので、液中セル 32 を倒立顕微鏡上に設置することが可能となり、試料表面の光顕観察を行うことができる。

【0056】次に、本発明の他の実施の形態による走査型プローブ顕微鏡について、図 2 を参照して説明する。

【0057】図 2 は、本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡の要部を示す概略構成図である。図 2 において、図 1 中の構成要素と同一又は対応する構成要素には同一符号を付し、重複した説明は省略する。

【0058】本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡が図 1 に示した走査型プローブ顕微鏡と異なる所は、次の点のみである。すなわち、本実施の形態では、断熱部材 36 が縦長に構成され、該断熱部材 36 の下端部の側面に試料ホルダ 34 が取り付けられることによって、試料 33 の観察すべき表面が横向きとなって試料 33 が液

体 31 中に浸されるように、試料ホルダ 34 が配置されている。そして、これに合わせて、探針 35a が試料 33 の観察すべき表面と対向するように、カンチレバー 35 が液中セル 32 の側面に着脱自在に取り付けられるとともに、光源 38 及び光検出器 39 が液中セル 32 の側方に配置されている。なお、試料 33 の観察すべき表面は、YZ 平面と一致している。

【0059】本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡が前記図 1 に示した走査型プローブ顕微鏡と実質的に等価であることは、明らかである。

【0060】次に、本発明の更に他の実施の形態による走査型プローブ顕微鏡について、図 3 を参照して説明する。

【0061】図 3 は、本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡の要部を示す概略構成図である。図 3 において、図 2 中の構成要素と同一又は対応する構成要素には同一符号を付し、重複した説明は省略する。

【0062】本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡が図 2 に示した走査型プローブ顕微鏡と異なる所は、カンチレバー 35 が液中セル 32 の側面ではなく固定部に固定された支持部材 50 に着脱自在に取り付けられている点のみである。なお、支持部材 50 は、前記照射光及び反射光を妨げないような形状を有しているかあるいは透明材料を用いて構成されている。

【0063】本実施の形態による走査型プローブ顕微鏡が前記図 2 に示した走査型プローブ顕微鏡と実質的に等価であることは、明らかである。

【0064】以上、本発明の各実施の形態について説明したが、本発明はこれらの実施の形態に限定されるものではない。

【0065】例えば、前述した撓み検出光学系ではなく、カンチレバー 6 の梁部に形成された圧電素子等の他の撓み検出手段を採用してもよい。

【0066】また、液体の加熱が必要ない場合には、ヒーター 43、温度検出部 44 及びヒーター制御部 45 を取り除いてもよい。

【0067】また、図 1 及び図 2 において、圧電アクチュエータ 37 を液中セル 32 に取り付け、試料 33 側を固定し、探針 35a を移動させるようにしてもよい。この場合、撓み検出光学系を用いるときには撓み検出光学系も液中セル 32 と一緒に移動するように構成すればよい。同様に、図 3 において、圧電アクチュエータ 37 を支持部材 50 に取り付け、試料 33 側を固定し、探針 35a を移動させるようにしてもよい。この場合、支持部材 50 が断熱部材であることが好ましい。

【0068】さらに、前記各実施の形態は本発明を原子間力顕微鏡に適用した例であったが、本発明は走査型ト

ネル顕微鏡など、他の種々の走査型プローブ顕微鏡に適用することができる。なお、走査型トンネル顕微鏡の場合には、一般的に探針はカンチレバーには設けられない。

【0069】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、試料と探針との間の間隔を比較的大きくとることができるとともに、液中セルの上方の空間を有効に使うことができ、しかも、カンチレバーの撓みを撓み検出光学系によって検出する場合であってもカンチレバーの撓み検出の精度の低下を防止することができる。

【0070】また、本発明によれば、カンチレバーの撓みを撓み検出光学系によって検出する場合であっても、撓み検出光学系を液中セル上方には配置しなくとも、これにより液中セルの上方の空間を有効に使うことができる。

【0071】さらに、本発明によれば、液中へのオリングやグリースの軟化や溶出、及び、圧電アクチュエータの破損や探針と試料との相対位置の意図しないずれが生ずることなく、液中セル中の液体を加熱することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の一実施の形態による走査型プローブ顕微鏡を模式的に示す概略構成図である。

【図 2】本発明の他の実施の形態による走査型プローブ顕微鏡の要部を模式的に示す概略構成図である。

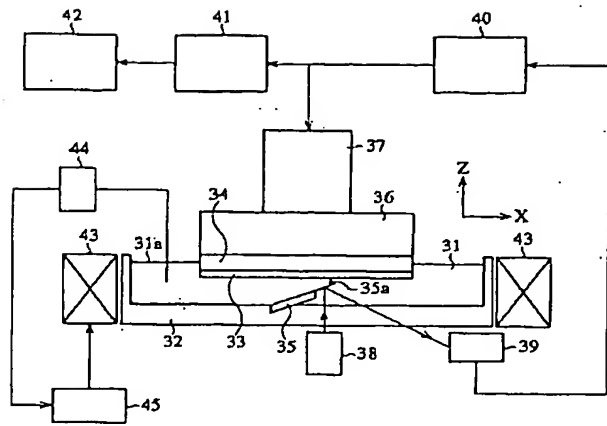
【図 3】本発明の更に他の実施の形態による走査型プローブ顕微鏡の要部を模式的に示す概略構成図である。

【図 4】従来の種々の液中セルを示す概略断面図である。

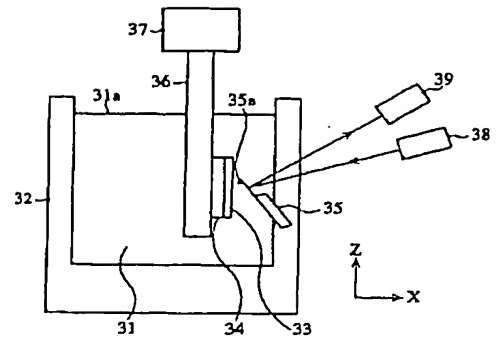
【符号の説明】

- 31 液体
- 32 液中セル
- 33 試料
- 34 試料ホルダ
- 35 カンチレバー
- 35a 探針
- 36 断熱部材
- 37 圧電アクチュエータ
- 38 光源
- 39 光検出器
- 40 制御部
- 41 処理部
- 42 表示部
- 43 ヒーター
- 44 温度検出部
- 45 ヒーター制御部

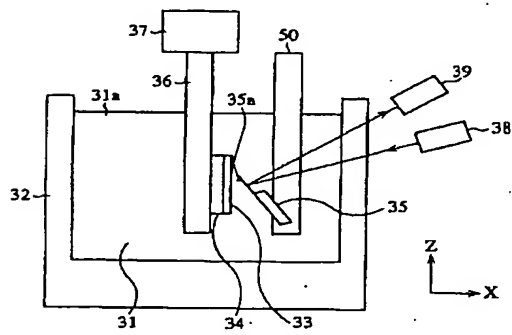
【図 1】



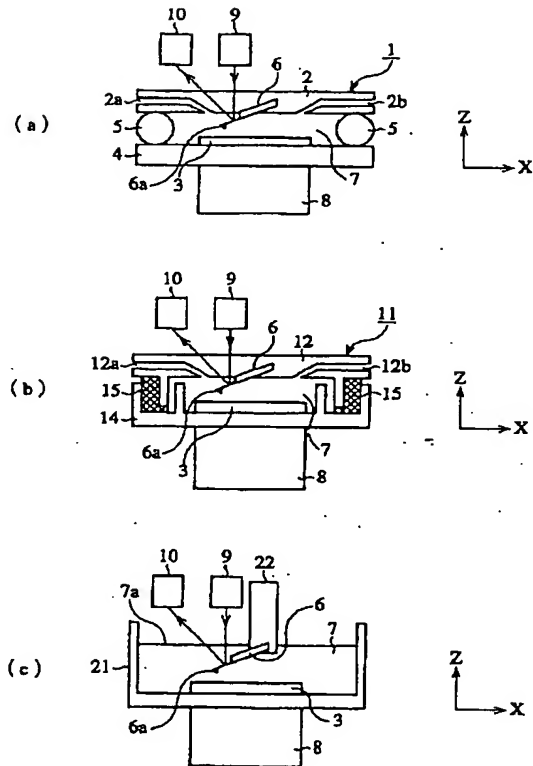
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

(72)発明者 中桐 伸行
東京都千代田区丸の内 3 丁目 2 番 3 号 株
式会社ニコン本社内